

アンプロリウム及びデコキネート試験法（畜水産物）

1. 分析対象化合物

農薬等の成分である物質	分析対象化合物
アンプロリウム	アンプロリウム
デコキネート	デコキネート

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-UV）又は多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-DAD）又は蛍光検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC-FL）

3. 試薬、試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

アセトニトリル 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

水 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

メタノール 液体クロマトグラフ用に製造したのものを用いる。

アンプロリウム標準品 本品はアンプロリウム 99.8%以上を含み、融点は248～249℃（分解）である。

デコキネート標準品 本品はデコキネート99.4%以上を含み、融点は242～245℃である。

4. 試験溶液調製法

試料10.0 gを量り採り、アセトニトリル50 mLを加えてホモジナイズした後、毎分3,000回転で10分間遠心分離する。アセトニトリル層を分液ロートに採り、残留物にアセトニトリル20 mLを加えて激しく振り混ぜた後、上記と同様に遠心分離し、得られたアセトニトリル層を先の分液ロート中に合わせる。これに*n*-ヘキサン70 mLを加えて激しく振り混ぜた後、*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル層に*n*-プロパノール10 mLを加えて、40℃以下で濃縮し、溶媒を除去する。この残留物にメタノール2.0 mLを加えて溶解した後、孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過して、これを試験溶液とする。

5. 検量線の作成

アンプロリウム標準品について、0.01～10.0 mg/Lのメタノール溶液を数点調製する。

デコキネート標準品について、0.05～10.0 mg/Lのクロロホルム溶液を数点調製する。

それぞれHPLCに注入し、ピーク高法又はピーク面積法で検量線を作成する。

6. 定量

試験溶液をHPLCに注入し、5の検量線でアンプロリウム及びデコキネートの含量を求める。

7. 確認試験

LC/MS又はLC/MS/MSにより確認する。

8. 測定条件

1) アンプロリウムの試験を行う場合

検出器：UV又はDAD（波長 254 nm付近の極大波長）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm、粒子径2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び0.01 mol/Lヘプタンスルホン酸含有0.025%リン酸（1：4）混液

保持時間の目安：10分

2) デコキネートの試験を行う場合

検出器：FL（励起波長 326 nm、蛍光波長 384 nm）

カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル 内径 2.0～6.0 mm、長さ 100～250 mm、粒子径2～5 μm

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル及び0.025%リン酸（3：1）混液

保持時間の目安：10分

9. 定量限界

アンプロリウム 0.01 mg/kg

デコキネート 0.03 mg/kg

10. 留意事項

1) 試験法の概要

アンプロリウム及びデコキネートを試料からアセトニトリルで抽出し、アセトニトリル/ヘキサン分配により脱脂した後、それぞれHPLC-UV又はHPLC-DAD及びHPLC-FLにより測定する方法である。

11. 参考文献

なし

12. 類型

C